

Docket No.: 50395-252

**PATENT**

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

In re Application of : Customer Number: 20277

Kohei SHIMODA, et al. : Confirmation Number:

Serial No.: : Group Art Unit:

Filed: February 23, 2004 : Examiner: Unknown

For: CHAIN-STRUCTURE METAL POWDER, MANUFACTURING METHOD THEREOF, AND  
CONDUCTIVITY-AFFORDED MATERIAL

**CLAIM OF PRIORITY AND  
TRANSMITTAL OF CERTIFIED PRIORITY DOCUMENT**

Mail Stop CPD  
Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

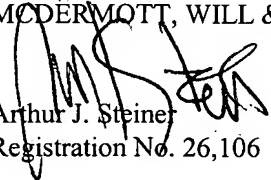
In accordance with the provisions of 35 U.S.C. 119, Applicants hereby claim the priority of:

**Japanese Patent Application No. 2003-129657, filed May 8, 2003**

cited in the Declaration of the present application. A certified copy is submitted herewith.

Respectfully submitted,

MCDERMOTT, WILL & EMERY

  
Arthur J. Steiner  
Registration No. 26,106

600 13<sup>th</sup> Street, N.W.  
Washington, DC 20005-3096  
(202) 756-8000 AJS:tlb  
Facsimile: (202) 756-8087  
**Date: February 23, 2004**

50395-252  
SHIMODA, et al.  
February 23, 2004

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

*McDermott, Will & Emery*

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2 0 0 3 年 5 月 8 日

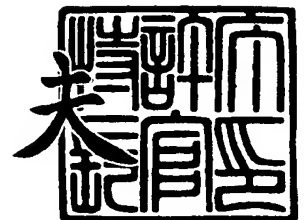
出 願 番 号  
Application Number: 特 願 2 0 0 3 - 1 2 9 6 5 7  
[ST. 10/C]: [ J P 2 0 0 3 - 1 2 9 6 5 7 ]

出 願 人  
Applicant(s): 住友電気工業株式会社


2 0 0 3 年 1 0 月 3 0 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 3 - 3 0 9 0 0 8 3

 **【書類名】** 特許願

**【整理番号】** 103H0127

**【あて先】** 特許庁長官殿

**【国際特許分類】** B22F 9/24  
H01B 1/22

**【発明者】**

**【住所又は居所】** 大阪府大阪市此花区島屋一丁目 1 番 3 号 住友電気工業株式会社大阪製作所内

**【氏名】** 下田 浩平

**【発明者】**

**【住所又は居所】** 大阪府大阪市此花区島屋一丁目 1 番 3 号 住友電気工業株式会社大阪製作所内

**【氏名】** 真嶋 正利

**【発明者】**

**【住所又は居所】** 大阪府大阪市此花区島屋一丁目 1 番 3 号 住友電気工業株式会社大阪製作所内

**【氏名】** 小山 恵司

**【発明者】**

**【住所又は居所】** 大阪府大阪市此花区島屋一丁目 1 番 3 号 住友電気工業株式会社大阪製作所内

**【氏名】** 岡田 一誠

**【発明者】**

**【住所又は居所】** 大阪府大阪市此花区島屋一丁目 1 番 3 号 住友電気工業株式会社大阪製作所内

**【氏名】** 桑原 鉄也

**【特許出願人】**

**【識別番号】** 000002130

**【氏名又は名称】** 住友電気工業株式会社

## 【代理人】

【識別番号】 100102691

## 【弁理士】

【氏名又は名称】 中野 稔

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100111176

## 【弁理士】

【氏名又は名称】 服部 保次

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100112117

## 【弁理士】

【氏名又は名称】 山口 幹雄

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100116366

## 【弁理士】

【氏名又は名称】 二島 英明

## 【手数料の表示】

【予納台帳番号】 008224

【納付金額】 21,000円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0114173

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 連鎖状金属粉末とその製造方法、及びそれを用いた導電性付与材

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ニッケル又はその合金からなる、粒子が連結し一体化した連鎖状の金属粉末であって、その直径の平均値が 3 0 n m 以上、2 0 0 n m 以下、長さの平均値が 0 . 5  $\mu$  m 以上、5 0  $\mu$  m 以下であることを特徴とする連鎖状金属粉末。

【請求項 2】 前記金属粉末の含有酸素量が、B E T 法による比表面積との間に

$0 . 1 7 \leq x / s \leq 0 . 8 3$ 、 $x$ ；含有酸素量（重量％）、 $s$ ；比表面積（ $m^2 / g$ ）

の関係を満足する請求項 1 に記載の連鎖状金属粉末。

【請求項 3】 ニッケルイオン、錯体イオンおよび 3 価チタンイオンと 4 価チタンイオンを含むチタンイオンの存在する水溶液中で金属粉末を析出する方法であって、該水溶液の反応開始前のニッケルイオン濃度（ $N i$ ）と 3 価チタンイオン濃度（ $T i 3 +$ ）の間に  $T i 3 + \geq 2 . 5 \times N i$  が満足され、且つ 3 価チタンイオン濃度（ $T i 3 +$ ）と 4 価チタンイオン濃度（ $T i 4 +$ ）の間に、 $0 . 1 5 \leq T i 3 + / T i 4 + \leq 3 0$  の関係が満足される条件にすることを特徴とする連鎖状金属粉末の製造方法。

【請求項 4】 前記錯体イオンが、クエン酸イオンである請求項 3 に記載の連鎖状金属粉末の製造方法。

【請求項 5】 請求項 1 又は 2 に記載の連鎖状金属粉末を、樹脂、ゴム、接着剤に混合されてなる導電性付与材。

【請求項 6】 前記連鎖状金属粉末の量が、1 5 体積％以下である請求項 5 に記載の導電性付与材。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、樹脂・ゴム・接着剤等の絶縁材料に混合して用いる連鎖状金属粉末とその製造方法、及びコンピューター、携帯電話をはじめとする電子部品や、建築部材等に使用される導電性樹脂、導電性フィルム、導電性接着剤、導電性塗料等に用いられる導電性付与材に関する。

#### 【0002】

##### 【従来の技術】

コンピューター、携帯電話をはじめとする電子部品や、建築部材では、導電性樹脂、導電性ゴム、導電性フィルム、導電性接着剤、導電性塗料等が、静電防止、電波吸収、電磁シールド、電子部品の実装・組立における半田あるいはロウ付の代替材料としてよく使用される。

これら導電性樹脂、導電性ゴム、導電性フィルム、導電性接着剤、導電性塗料等は多数の種類があるが、多くの場合、樹脂・ゴム・接着剤等の絶縁材料にカーボン粉末、金属粉末を添加した複合材が使用される（特許文献1及び特許文献2参照）。

ところが、カーボン粉末単体での導電率は、導電性に優れたものであっても体積固有抵抗が $1\Omega \cdot \text{cm}$ 程度と大きく、導電性に優れた導電性樹脂、導電性ゴム、導電性フィルム、導電性接着剤、導電性塗料を作製するのは困難であった。

#### 【0003】

一方、金属粉末は、金属の種類によっては体積固有抵抗値として $10^{-6}\Omega \cdot \text{cm}$ 台の単体での導電率を有しており、導電性に優れる。しかし、通常は球形、楕円形、鱗片状の形状を有していることから、一般的には少なくとも20体積%以上、好ましくは30体積%以上と多量に金属粉末を添加しないと樹脂、ゴム、フィルム、接着剤、塗料に安定して導電性を付与することはできなかった。これは経済的にもコスト高を招く一方、導電性樹脂、導電性ゴム、導電性フィルム、導電性接着剤、導電性塗料に対しても例えば樹脂の有する可塑変形性や接着力を低下せしめる等、金属粉末の添加に伴う副作用が大きく、特性上の課題が不可避であった。

#### 【0004】

##### 【特許文献1】

特開平05-81924号公報、(0012-0019)

【特許文献2】

特開2002-60625号公報、(0005-0007)

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、樹脂・ゴム・接着剤等の絶縁材料に対し、15体積%未満の少量の添加量で導電性を付与でき、しかも導電性に優れた金属粉末を提供することにある。そして、コンピューター、携帯電話をはじめとする電子部品や、建築部材等に使用される導電性樹脂、導電性ゴム、導電性フィルム、導電性接着剤、導電性塗料に用いられる導電性付与材を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】

本発明は、ニッケル又はその合金からなる、粒子が連結し一体化した連鎖状の金属粉末であって、その直径の平均値が30nm以上、200nm以下、長さの平均値が0.5μm以上、50μm以下であることを特徴とする連鎖状金属粉末である。そしてその特性は、前記粉末の含有酸素量が、BET法による比表面積との間に

$0.17 \leq x/s \leq 0.83$ 、 $x$ ；酸素量（重量%）、 $s$ ；比表面積（ $m^2/g$ ）の関係を満足すると樹脂等との混合時の濡れ性がよく好ましい。

【0007】

これらの金属粉末の製法は、ニッケルイオン、錯体イオンおよび3価チタンイオンと4価チタンイオンを含むチタンイオンの存在する水溶液中で金属粉末を析出する方法であって、該水溶液の反応開始前のニッケルイオン濃度（ $Ni$ ）と3価チタンイオン濃度（ $Ti^{3+}$ ）の間に  $Ti^{3+} \geq 2.5 \times Ni$  が満足され、且つ3価チタンイオン濃度（ $Ti^{3+}$ ）と4価チタンイオン濃度（ $Ti^{4+}$ ）の間に、 $0.15 \leq Ti^{3+}/Ti^{4+} \leq 30$  の関係が満足される条件にすることを特徴とする。勿論他の製造方法でも構わないが、本発明の製造方法では、連鎖状金属粉末が得られやすく、かつ形成された金属粉末の表面に電気伝導性の障害とならない程度の酸化膜を得ることが出来る。

また、ここで用いる錯体イオンは、ニッケルイオンとの組み合わせにおいて、クエン酸イオンを用いるのが好ましい。

#### 【0008】

こうして得られた、前記の連鎖状金属粉末を、樹脂、ゴム、接着剤に混合されてなる導電性付与材である。前記連鎖状金属粉末の量が、15体積%以下であると経済的であり、かつ十分に導電性を発揮できる。

#### 【0009】

##### 【発明の実施の形態】

本発明になる連鎖状金属粉末は、ニッケル又はニッケル合金の微細な粒子が単数もしくは複数の粒子が集まって骨格を形成し、それがあたかも樹木の枝のように枝分かれした連鎖状に延びている金属粉末である。このような形状を有するために、樹脂等の絶縁体中に存在する場合、該金属粉末が連鎖状にネットワークを形成するため、球状、扁平状、鱗片状のような形状を有する金属粉末より少量で導電性を有するようになる。また、金属粉末同士の立体効果により、密に充填せず、少量添加で十分な導電性を確保できる。

本発明に用いる金属は、ニッケル又はニッケル合金とした。その理由は、金属ニッケルはバルクでの体積固有抵抗が $6.8 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}$ と金属の中では比較的導電性に優れた材料であり、しかも銅などと比較して耐酸化性にも優れることから酸化による導電性の低下も生じにくい。このため、導電性材料として好適である。また、金属ニッケルが元来有する磁性により、後記する製法において金属微結晶が軸方向に配向しやすいため、連鎖状構造を形成しやすい点にある。連鎖状構造により、導電性材料等に使用した場合、通電時に導通パスを形成しやすい。以上の導電性と導電パスの形成により、ニッケルを選択した。ニッケル含有率が50重量%以上の範囲内で鉄、コバルト、クロムなどの金属元素を加えることができる。ニッケルが50重量%未満では、導電性が不十分となるため、好ましくない。

#### 【0010】

本発明になる連鎖状金属粉末の直径の平均値が30nm以上、200nm以下、長さの平均値が0.5 $\mu\text{m}$ 以上、50 $\mu\text{m}$ 以下であると、細長い金属粉末が連

鎖状にネットワークを形成することができることから、導電性付与効果が特に顕著となり、少添加量で導電性を付与でき、しかも導電性に優れたものにすることができる。直径の平均値が30 nm未満では、樹脂、ゴム等の絶縁物と連鎖状金属粉末を混合する際に金属粉末の粉砕が生じやすく、その結果、絶縁物内部において金属粉末の連鎖状ネットワークが形成されにくくなる為、導電性付与効果が小さい。

金属粉末の直径が200 nmを越えると、金属粉末の連鎖状ネットワーク形成に必要な金属粉末添加量が多くなるため、金属粉末を少量添加した際に導電性を付与することが困難になる。

また、金属粉末の平均長さが0.5  $\mu$ m未満でも、樹脂、ゴム等の絶縁物と連鎖状金属粉末を混合する際に絶縁物内部において金属粉末の連鎖状ネットワークが形成されにくくなる為、導電性付与効果が小さい問題がある。

金属粉末の長さが50  $\mu$ mを越えると、金属粉末の粉砕が生じやすくなり、また、樹脂、ゴム等の絶縁物内に金属粉末を均一に分散させることが困難になるため、導電性付与効果が小さくなり、また、混合後の導電性能に大きなバラツキを生じるなどの問題がある。

#### 【0011】

前記金属粉末は、粉末表面が十分に凹凸を有しているため、樹脂やゴムと混合した際によく絡み合うことで、混合性は優れている。また、混合時の濡れ性は、金属粉末表面が酸化層を形成するとよく、このため、本発明の金属粉末は、含有酸素量がBET法による比表面積との間に、

$$0.17 \leq x/s \leq 0.83, \quad x; \text{酸素量 (重量\%)}, \quad s; \text{比表面積 (m}^2/\text{g)}$$

ある範囲にあると好ましい。

0.17 >  $x/s$  であると、金属粉末表面の酸化物量が少ないため、樹脂やゴムとの濡れ性に乏しくなり、シート成形後の微小な気泡混入の原因となりやすい。また、これにより、シート成形体の導電性にバラツキを生じさせやすくなる。一方、 $x/s > 0.83$  となると、金属表面の酸化物層が大きくなり、絶縁体として働くため、導電性が低下する傾向となる。

## 【0012】

本発明になる連鎖状金属粉末は、以下の方法で作成する。

本発明の方法は、一般に水溶液中の金属イオンを還元することによりえられる湿式還元法による。還元の対象となるニッケルイオン又はニッケル合金の組成対象となる金属イオンを含む水溶液と、錯体イオンを含む水溶液と、還元剤として働く3価チタンイオンを含むチタンイオン水溶液を所定の割合で混合した水溶液を用いる。この所定の割合に於いて、 $Ti^{3+} \geq 2.5 \times Ni$  ( $Ti^{3+}$ ; 3価チタンイオン濃度、 $Ni$ ; ニッケルイオン濃度) の状態にする。この条件を満たさないと、球状もしくは小判型の $Ni$ 粒子が生成する等、目的の連鎖状金属粉末を得ることが出来ない。また、前記チタンイオン溶液には、3価のチタンイオンの他に4価のチタンイオンが存在する。その4価のチタンイオンと3価チタンイオンの比率により、反応が安定する。その比率が $0.15 \leq Ti^{3+}/Ti^{4+} \leq 3.0$  ( $Ti^{3+}$ ; 3価チタンイオン濃度、 $Ti^{4+}$ ; 4価チタンイオン濃度) の範囲に調節する。この値が0.15未満であると、反応速度が遅く、経済的でない。また、生成物の表面の酸化層が大きくなりすぎる。3.0を越えると反応速度が速すぎ、また生成物の表面の酸化層が十分でないため、好ましくない。

この理由は、安定的に連鎖状ニッケル系金属粉末を生成できることと、生成する連鎖状ニッケル系金属粉末表面に適度な酸化層を形成するため、金属粉末と樹脂、フィルム、接着剤、塗料との濡れ性が向上し、樹脂等に対し均一に金属粉末が分散することで導電性付与効果を高くすることができるためである。

反応のメカニズムとしては、3価チタンイオンと4価チタンイオンとのクラスターが形成され、このチタンイオンクラスターを介した反応により連鎖状金属粉末が生成されやすくなるとともに、適度な還元力により緻密な金属組織が形成され、その結果として過度に酸化されない緻密な酸化層を形成することによるものである。

## 【0013】

この水溶液にアンモニア水等でpHを約9付近にし、常温乃至50℃近辺に加熱した状態で攪拌することにより連鎖状金属粉末を得る。このときのpHの変化や、温度の状況、また反応時間等により、樹枝状となる形状や、骨格の径、長さ

等を適宜変えることが出来る。水溶液中にある還元剤としての3価チタンイオンは、酸化して4価のチタンイオンになる。なお、錯体を形成する錯体イオンとしては、クエン酸イオン、酒石酸イオン、酢酸イオン、グルコン酸イオン、アンモニウムイオンが好ましく用いられるが、特にクエン酸イオンは本発明の連鎖状金属粉末を作成するには適当である。

#### 【0014】

以上のようにして得られる連鎖状金属粉末は樹脂・ゴム・接着剤と混合することにより、導電性付与材としての効果を発揮する。本発明になる連鎖状金属粉末は、従来使用される球状、扁平状、鱗片状等の金属粉に比べ、導電物質のネットワークを形成し易いため、導電性を示す配合量を少な目にする事が出来る。好ましくは混合比率を15体積%以下とする。

#### 【0015】

##### 【実施例】

以下に本発明になる連鎖状金属粉末及び導電性付与材の実施例を示すが、実施例により本発明を限定するものではない。

##### (実施例1)

$\text{NiCl}_2$  0.03mol、クエン酸0.15molを液温25℃の純水に溶解させ、28%アンモニア水を添加し、 $\text{pH}=9$ の1Lの水溶液Aを準備した。一方で、 $\text{TiCl}_3$ 、 $\text{TiCl}_4$ を液温25℃の純水に溶解させ、 $\text{Ti}^{3+}+0.08\text{mol/L}$ 、 $\text{Ti}^{4+}+0.50\text{mol/L}$ を含む1Lの水溶液Bを準備した。ここで $\text{Ti}^{3+} \geq 2.5 \times \text{Ni}$ であり、 $\text{Ti}^{3+}/\text{Ti}^{4+}=0.16$ である。

上記水溶液Aと水溶液Bを液温25℃に保持したまま反応時間30分で反応させ、反応液から生成したニッケル粉末を回収し、洗浄、乾燥してニッケル粉末を作製した。

この粉末を走査型電子顕微鏡を用いて倍率100000倍にて観察したところ、連鎖状のニッケル粉末であることが確認され、その粉末のサイズは直径が50nm(平均値)、長さが20 $\mu\text{m}$ (平均値)であった。

#### 【0016】

(実施例 2 ～ 6, 比較例 1 ～ 4)

実施例 1 と同様に、表 1 に示す濃度の  $\text{NiCl}_2$  水溶液を用意した。クエン酸の濃度は  $\text{Ni}$  イオン濃度に比例して調節し水溶液 A とした。また pH と液温は表 1 に示すように調整してある。

これに表 1 に示すチタンイオン濃度と液温を変えた水溶液 B を用意した。この水溶液 A, B を各 1 L 混合し、実施例 1 と同様に反応させた結果、それぞれニッケル粉末を得た。ニッケル粉末の形状は、走査電子顕微鏡で観察した結果、粉末の大きさは平均値で表 1 に示す大きさとなっていた。

#### 【0 0 1 7】

実施例と比較例で得られた金属粉末を用いて導電性を比較した。その方法は、得られた金属粉末を  $150^\circ\text{C}$  に加熱した塩素化ポリエチレンゴム中に添加し、ロールミル混合・ロール圧延し、導電性ゴムシート（厚さ  $0.5\text{ mm}$ ）を作製した。

金属粉末添加量を、5 体積%としたもの、11 体積%としたものをそれぞれ 2 種類作製した。これらのシートの体積固有抵抗を 4 端子法で測定した結果を併せて表 1 に示す。

#### 【0 0 1 8】

【表 1】

	Ni <sup>2+</sup> mol/L	Ti <sup>3+</sup> mol/L	Ti <sup>4+</sup> mol/L	反応条件 温度(°C)	反応条件 pH	直径 nm	長さ μm	5体積% ×10E-2Ω/cm	11体積% ×10E-2Ω/cm
実施例1	0.03	0.08	0.500	25	9.0	50	20	28.6	6.5
実施例2	0.03	0.08	0.500	50	9.0	100	25	20.2	4.2
実施例3	0.03	0.08	0.020	50	9.0	180	25	7.7	1.1
実施例4	0.03	0.08	0.018	50	9.0	200	25	7.0	1.0
実施例5	0.03	0.08	0.020	50	9.5	120	0.5	8.8	1.4
実施例6	0.03	0.08	0.020	50	8.5	200	50	6.8	0.9
比較例1	0.03	0.08	0.002	50	9.0	20	20	156.0	58.3
比較例2	0.01	0.02	0.100	15	9.0	連鎖状にならず		386.0	188.0
比較例3	0.03	0.08	0.010	50	9.0	600	20	73.0	24.0
比較例4	0.03	0.08	0.020	50	8.0	200	80	101.0	33.6

【0019】

表1に示すように、実施例1～6は、 $Ti^{3+} \geq 2.5Ni$ を満たし、かつ  $0.15 \leq Ti^{3+}/Ti^{4+} \leq 30$ を満たす条件で作製したため、連鎖状金属粉末を得ることが出来、また絶縁体の塩素化ポリエチレンゴムとのなじみもよく、

金属粉の充填量が少ない状況でありながら、十分に導電性を有する結果を得られた。

これに比べ、連鎖状の金属粉末を得られたが直径が細いため、塩素化ポリエチレングムとの混合時に粉末化し、導電性に劣る結果になった。

比較例 2 では、形成された金属粉末は連鎖状とならなかった。この金属粉末を用いた導電性付与材は、導電性に大きく劣る結果となった。

比較例 3 及び 4 では出来上がった連鎖状金属粉の直径が大きくなり、導電性付与材としては導電性にやや劣る結果となった。また比較例 4 は、各金属粉末の長さが大きなものであり、塩素化ポリエチレングムとの混合時に混合ムラを生じたため、バルクとしての導電性は低下した。

### 【0020】

(実施例 7)

$\text{NiCl}_2$  0.02 mol、クエン酸 0.10 mol を液温 15℃ の純水に溶解させ、28% アンモニア水を添加し、 $\text{pH}=9$  の 1 L の水溶液 A を準備した。一方で、 $\text{TiCl}_3$ 、 $\text{TiCl}_4$  を液温 25℃ の純水に溶解させ、 $\text{Ti}^{3+}$  0.08 mol/L、 $\text{Ti}^{4+}$  0.003 mol/L を含む 1 L の水溶液 B を準備した。ここで  $\text{Ti}^{3+} \geq 2.5 \times \text{Ni}$  であり、 $\text{Ti}^{3+}/\text{Ti}^{4+} = 26.7$  である。

上記水溶液 A と水溶液 B を液温 15℃ に保持したまま反応時間 30 分で反応させ、反応液から生成したニッケル粉末を回収し、洗浄、乾燥してニッケル粉末を作製した。

この粉末を走査型電子顕微鏡を用いて倍率 100000 倍にて観察したところ、連鎖状のニッケル粉末であることが確認され、その粉末のサイズは直径が 150 nm (平均値)、長さが 38  $\mu\text{m}$  (平均値) であった。

また、この金属粉の一部を取り、粉末中の含有酸素量、BET 比表面積をそれぞれ赤外吸収法、BET 法で測定した結果、酸素含有量は 0.51 重量%、比表面積は 3.0  $\text{m}^2/\text{g}$  であった。

### 【0021】

(実施例 8～10、比較例 5、6)

実施例 7 と同様にして金属粉末を作成した。主な製造条件は表 2 に示す。得られた金属粉末は走査型電子顕微鏡を用いて倍率 1 0 0 0 0 0 倍にて観察したところ、全て連鎖状金属粉末であり、平均直径と平均長さを併せて表 2 に示す。

得られた金属粉末を用いて導電性を比較した。その方法は、得られた金属粉末を 1 5 0 ℃ に加熱した塩素化ポリエチレンゴム中にそれぞれ 5 体積 % 添加し、ロールミル混合・ロール圧延し、導電性ゴムシート（厚さ 0 . 5 mm）を作製した。

これらのシートの体積固有抵抗を測定した結果を併せて表 2 に示す。また、体積固有抵抗を、シートの異なる位置で 1 0 点測定し、そのバラツキを調べたところ、表 2 のような結果を得た。表 2 の値は 1  $\sigma$  の値である。

【 0 0 2 2 】

【表 2】

	粉末のサイズ					粉末物性				導電性		
	Ni <sup>2+</sup> mol/L	Ti <sup>3+</sup> mol/L	Ti <sup>4+</sup> mol/L	反応条件 温度(°C)	反応条件 pH	直径 nm	長さ μm	BET比表面積 m <sup>2</sup> /g	酸素含有量 重量%	x/s	5体積%添加 ×10E-2Ω・cm	バラツキ %
実施例7	0.02	0.08	0.003	15	9.0	150	38	3.00	0.51	0.17	6.0	2.5
実施例8	0.03	0.08	0.5	50	9.0	100	25	4.49	3.11	0.69	20.2	2.5
実施例9	0.03	0.08	0.018	50	9.0	200	25	2.25	0.64	0.28	7.0	2.3
実施例10	0.03	0.08	0.05	50	9.0	180	20	2.50	0.78	0.31	7.6	2.0
実施例11	0.03	0.08	0.7	50	9.0	100	25	4.80	4.57	0.95	39.0	5.0
実施例12	0.03	0.08	0.002	15	9.0	180	46	2.50	0.27	0.11	21.0	21.0

## 【0023】

表2に示すように、実施例7～10は製造条件の範囲内で作製したため、連鎖状の金属粉末であり、かつ含有酸素量とBET比表面積の関係は、 $0.17 \leq x/s \leq 0.83$ を満たしているため、塩素化ポリエチレンとの濡れ性がよく、結果として5体積%の混合量であるが、導電性のバラツキが小さく、かつ十分な導電性を示す導電性付与材となった。

比較例5は、連鎖状金属粉末の形状を得られたが、Ti<sup>3+</sup>とTi<sup>4+</sup>の比率が条件を逸脱したため、作製された金属粉末の含有酸素量が多く、塩素化ポリエチレンとのなじみは良いが、金属表面の酸化膜が抵抗となり導電性を低下させたものとなった。

比較例6は、同様に連鎖状金属粉末の形状となったが、Ti<sup>3+</sup>とTi<sup>4+</sup>の比率が条件を満足せず、結果として含有酸素量が少なすぎる結果となった。このため、塩素化ポリエチレンとの濡れ性が悪く、混合不均一となった。従って、出来た導電付与材は、不均一でバラツキが大きくなっている。

## 【0024】

## 【発明の効果】

本発明になる金属粉末は、嵩密度が小さく、かつ連鎖状に金属が並んでいるため、導電性付与材に用いると、比較的少量で導電性を大きくすることが出来る。また、金属表面に適度な酸化物を有するため、樹脂等との濡れ性に優れる。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明になる連鎖状金属粉末を拡大した外観写真である。

【書類名】

図面

【図 1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 導電性付与材に使用する、少量で導電性効果を大きくする金属粉末を提供する。

【解決手段】 ニッケル又はその合金からなる、粒子が連結し一体化した連鎖状の金属粉末であって、その直径の平均値が 3 0 n m 以上、2 0 0 n m 以下、長さの平均値が 0 . 5  $\mu$  m 以上、5 0  $\mu$  m 以下であることを特徴とする。前記金属粉末の含有酸素量が、B E T 法による比表面積との間に

$0 . 1 7 \leq x / s \leq 0 . 8 3$ 、 $x$  ; 含有酸素量 (重量%)、 $s$  ; 比表面積 ( $m^2 / g$ )

の関係を満足すると、樹脂との濡れ性がよく、かつ導電性を妨げないので好ましい。

【選択図】 図 1

# 認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 3 - 1 2 9 6 5 7
受付番号	5 0 3 0 0 7 5 5 7 9 9
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0 0 9 4
作成日	平成 1 5 年 5 月 9 日

## < 認定情報・付加情報 >

【提出日】	平成15年 5月 8日
-------	-------------

次頁無

特願 2 0 0 3 - 1 2 9 6 5 7

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 2 1 3 0 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 9 日

[変更理由]

新規登録

住 所

大阪府大阪市中央区北浜四丁目 5 番 3 3 号

氏 名

住友電気工業株式会社